

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 05-024965

(43)Date of publication of application : 02.02.1993

(51)Int.Cl.

C30B 11/00  
H01L 21/208

(21)Application number : 03-178352

(71)Applicant : HITACHI CABLE LTD

(22)Date of filing : 18.07.1991

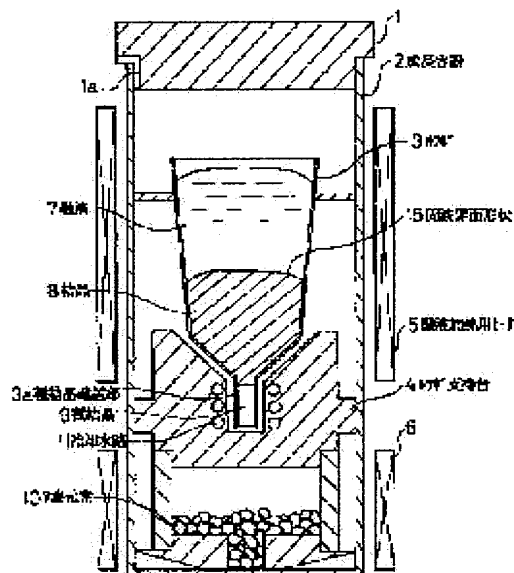
(72)Inventor : SHIBATA MASATOMO  
INADA TOMOKI

## (54) METHOD AND APPARATUS FOR PRODUCING SEMICONDUCTOR CRYSTAL

### (57)Abstract:

**PURPOSE:** To produce a single crystal having high quality with good reproducibility by forming a solid-liquid boundary shape to a flat shape or a shape projecting toward a melt thereby preventing polycrystallization and to prevent the melting of a seed crystal.

**CONSTITUTION:** This apparatus produces the single crystal by a VGF method of solidifying the melt gradually from below to above. The apparatus has a seed crystal disposing part 3a at the bottom end and has a crucible 3 housing the semiconductor melt 7 in the upper part thereof and a heater 5 for heating the melt which forms such a temp. gradient that the temp. is lower in the lower part than in the upper part on the outer side of the crucible 3. A cooling water path 11 is provided within a crucible supporting base 4 so as to enclose the circumference of the seed crystal disposing part 3a provided at the bottom end of the crucible 3. Growth is executed while cooling water is kept passed in this water path. The single crystal which is complete in the crystal from the seed crystal to the terminal part of the crystal is obtd. The solid-liquid boundary shape 15 of this crystal is confirmed to be the projecting shape over the entire area of the crystal when this shape is investigated.



## LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 16.04.1996

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number] 2850581

[Date of registration] 13.11.1998

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's

decision of rejection]

[Date of extinction of right]

13.11.2004

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(19)日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号

特開平5-24965

(43)公開日 平成5年(1993)2月2日

(51)Int.Cl.<sup>5</sup>

C 3 0 B 11/00

H 0 1 L 21/208

識別記号

Z 9151-4G

M 7353-4M

庁内整理番号

F I

技術表示箇所

審査請求 未請求 請求項の数3(全 5 頁)

(21)出願番号

特願平3-178352

(22)出願日

平成3年(1991)7月18日

(71)出願人 000005120

日立電線株式会社

東京都千代田区丸の内二丁目1番2号

(72)発明者 柴田 真佐知

茨城県土浦市木田余町3550番地 日立電線

株式会社金属研究所内

(72)発明者 稲田 知己

茨城県土浦市木田余町3550番地 日立電線

株式会社金属研究所内

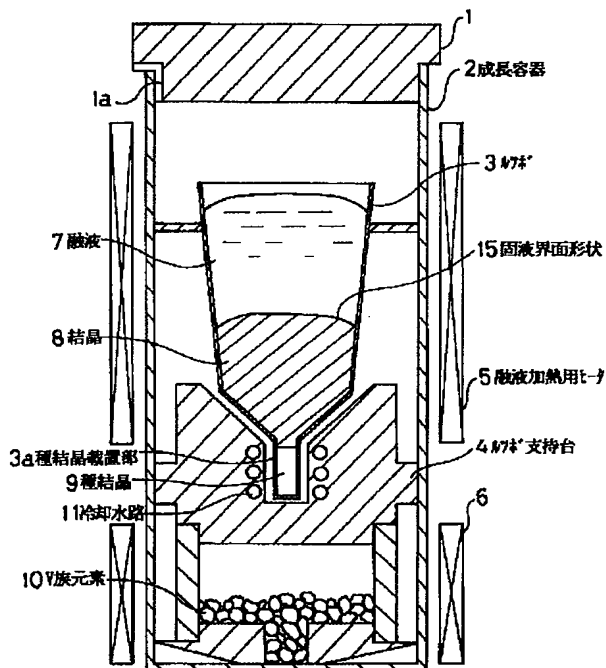
(74)代理人 弁理士 松本 孝

(54)【発明の名称】 半導体結晶の製造方法およびその装置

(57)【要約】

【目的】固液界面形状を平坦又は融液に向って凸型にし多結晶化を防止して高品質の単結晶を再現性よく製造する一方、種結晶の融解を防止する。

【構成】下方から上方に向けて徐々に固化させるVGF法による単結晶製造装置である。装置は、下端に種結晶配置部3aを有し、その上部に半導体融液7を収容するルツボ3と、ルツボ3の外側に下方が上方よりも低温となるような温度勾配を形成する融液加熱用ヒータ5とを備える。ルツボ3の下端に設けた種結晶配置部3aの周囲を取り巻くように、ルツボ支持台4の内部に冷却水路11を設ける。この水路に冷却水を流しながら成長を行う。結晶は種結晶から結晶終端部に亘って完全な単結晶が得られる。この結晶の固液界面形状15を調べると、結晶全域に亘って凸型になっていることが確認できる。



1

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】ルツボ底部に種結晶を配置し、ルツボ内に収容した半導体融液を種結晶に接触させて、下方から上方に向けて徐々に固化させることにより結晶を製造する半導体結晶の製造方法において、上記結晶と半導体融液との固液界面形状を平坦又は融液に向って凸型になるように種結晶部分を強制的に冷却するようにしたことを特徴とする半導体結晶の製造方法。

【請求項2】底部に種結晶を配置する種結晶配置部を有し、その上部に半導体融液を収容するルツボと、このルツボの外側に下方が上方よりも低温となるような温度勾配を形成する融液加熱手段とを備え、種結晶に接触した半導体融液を下方から上方に向けて固化させることにより結晶を製造する半導体結晶の製造装置において、上記ルツボ底部の種結晶配置部の外周部に冷媒通路を有して、これに液体を流すことにより種結晶配置部を冷却する冷却手段を設けたことを特徴とする半導体結晶の製造装置。

【請求項3】底部に種結晶を配置する種結晶配置部を有し、その上部に半導体融液を収容するルツボと、このルツボの外側に下方が上方よりも低温となるような温度勾配を形成する融液加熱手段とを備え、種結晶に接触した半導体融液を下方から上方に向けて固化させることにより結晶を製造する半導体結晶の製造装置において、上記ルツボ底部の種結晶配置部の外周部に、放熱フィンを有する冷媒通路を有して、これに気体を流すことにより種結晶配置部を冷却する冷却手段を設けたことを特徴とする半導体結晶の製造装置。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】本発明は半導体融液をルツボ内で下方から上方に向けて徐々に固化させて結晶を成長する半導体結晶の製造方法およびその装置に関するものである。

## 【0002】

【従来の技術】半導体融液をルツボ内で下部から上方に向けて徐々に固化させることにより単結晶を成長する縦型成長法、すなわち縦型徐冷法（VGF法）あるいは縦型ブリッジマン法（VB法）等では、比較的大口径で、かつ結晶中の転位密度の低い単結晶を作成できることから、半導体結晶、特にIII-V族化合物半導体結晶の成長法として注目されている。

【0003】以下に従来のVGF法によるIII-V族化合物半導体結晶成長を図3に示したVGF炉を例にとって説明する。

【0004】pBN製のルツボ3の下端に種結晶9を配置し、さらにルツボ3内にIII-V族化合物の多結晶を収容する。そして、このルツボ3を成長容器2内のルツボ支持台4上に設置する。ルツボ支持台4の下方には、成長容器2内をV族元素雰囲気を保つ目的で、V族元素

2

10を設ける。成長容器2の上部開口は、容器内圧が外圧と同じになるように隙間1aを設けた蓋1で閉じる。成長容器2の外側には、下方が上方よりも低温となるような温度勾配をもつ融液加熱用ヒータ5と、V族元素を気化、蒸発させるためのV族元素加熱用ヒータ6が設置されている。

【0005】結晶成長は、まずヒータ5でルツボ3内の多結晶を融解してIII-V族化合物の融液7を作り、その後ヒータ5を徐々に冷却することにより、ルツボ3内で種結晶9と同じ方位をもったIII-V族化合物の単結晶8を下方から上方に向けて固化成長させていくことにより行われる。

## 【0006】

【発明が解決しようとする課題】VGF法やVB法等の縦型成長法で結晶成長を行う場合、結晶が成長中に多結晶化することが最大の問題である。縦型成長法の場合、他の成長法例えば液体封止引上法（LEC法）や横形ポート法（HB法）に比較して結晶からの熱拡散が少ないため、融液温度を下げることで、結晶を成長させなければならない。このため結晶の固液界面に近い位置での融液内径方向温度勾配は、図4に示すようなルツボ壁で温度が低い分布を示す。この傾向は、成長初期のシード付けや、肩部形成時に特に甚だしい。結晶は、融液の温度が低いほど早く成長するため、図4の様な温度分布の融液内では、結晶の固液界面形状が融液に向って凹型になってしまう。すなわち、融液温度が周辺から早く下がるため、熱の流れは図5の矢印で示すようになる。固液界面は熱の流れに対して垂直になろうとするため、必然的に固液界面形状が凹型となる。固液界面形状が凹型をしていると、成長とともに結晶中を伝播する転位が結晶の中心部に集積しやすく、高密度に集積した場合はその位置から結晶が多結晶化してしまう。単結晶を得るためには、固液界面形状が平坦であるか、又は融液に向ってやや凸であることが望ましいが、そのようにすることは上記の理由から従来の縦型成長法やその装置では難しい。

【0007】また、縦型成長装置ではその構造上、原料多結晶を融解する際に加熱により種結晶が融解してしまって成長が不能になることがあった。

【0008】本発明の目的は、前記した従来技術における固液界面形状の凹面化を防止し、高品質の結晶を再現性よく製造することのできる新規な半導体結晶の製造方法およびその装置を提供することにある。

## 【0009】

【課題を解決するための手段】本発明の半導体結晶の製造方法は、ルツボ底部に種結晶を配置し、ルツボ内に収容した半導体融液を種結晶に接触させて、下方から上方に向けて徐々に固化させることにより単結晶を製造する半導体結晶の製造方法において、結晶と半導体融液との固液界面形状を平坦又は融液に向って凸型になるように種結晶部分を強制的に冷却するようにしたものである。

【0010】また、本発明の半導体結晶の製造装置は、底部に種結晶を配置する種結晶配置部を有し、その上部に半導体融液を収容するルツボと、このルツボの外側に下方が上方よりも低温となるような温度勾配を形成する融液加熱手段とを備え、種結晶に接触した半導体融液を下方から上方に向けて固化させることにより結晶を製造する半導体結晶の製造装置において、上記ルツボ底部の種結晶配置部の外周部に冷媒通路を有して、これに液体を流すことにより種結晶配置部を冷却する冷却手段を設けたものである。

【0011】さらに、本発明の半導体結晶の製造装置は、上記ルツボ底部の種結晶配置部の外周部に、放熱フィンを有する冷媒通路を有して、これに気体を流すことにより種結晶配置部を冷却する冷却手段を設けたものである。

【0012】半導体結晶の製造方法としてはVGF法の他に、VB法や、縦型に配したヒータ中を原料を収容したルツボを降下させることによって結晶の固化を行う炉体移動法(Traveling Furnace (TF)法)にも適用が可能である。

【0013】また、種結晶の冷却に使用する冷媒としては、液体であれば水、気体であれば空気をもっとも簡易かつ確実であるが、これ以外であってもよく、例えばフロン、フロン等の媒質を使用することも可能である。

【0014】本発明に適用できる半導体材料は、GaAs、InAs、GaSb、InSb、GaP、InP等のIII-V族化合物、CdTe、ZnSe、ZnS、HgTe等のII-VI族化合物、またはSi、GeのIV族元素、さらにこれらを1種類以上含む混晶結晶である。

【0015】

【作用】融液温度が周辺から早く下がると、必然的に固液界面形状は凹型となる。しかし、本発明のように種結晶を強制的に冷却するようにすると、融液よりも結晶からの熱放散量が増大する。固液界面が熱の流れに対して垂直になろうとするため、融液側から結晶側へ向って流れる熱放散量が増加すると、固液界面は平坦化もしくは融液に向って凸化する。これにより転位の集積が起これにくくなり、高品質の結晶が得られる。また、原料多結晶を融解する際に種結晶が融解してしまうことがなくなる。

【0016】

【実施例】以下、本発明の実施例を図面を用いて説明する。

【0017】実施例1

図1に示す、種結晶を水冷する構造を有するVGF装置を用いてGaAs単結晶成長を行った。本装置は従来例で説明した図3と基本的には同じ構成で、異なる点は、ルツボ3下端に設けた種結晶配置部3aの周囲を取り巻くように、ルツボ支持台4の内部に冷却水路11を設けたことである。この水路に22℃、10l/minの冷

却水を流しながら成長を行った。使用したルツボは、直径φ55mm、全長250mm、GaAs多結晶のチャージ量は1700gである。結晶は種結晶から結晶終端部まで全長155mmに亘って完全な単結晶が得られた。この結晶を縦に切断し、エッチングを施して固液界面形状15を調べたところ、結晶全域に亘って凸型になっていることが確認できた。

【0018】実施例2

種結晶をガス冷却する方法でGaAsの単結晶成長を行った。使用した装置の横断面図を図2に示す。本装置も従来例で説明した図3と基本的には同じ構成で、異なる点は、ルツボ支持台4を中空にして冷媒通路12を構成し、その通路12に種結晶冷却用のガス出入口12aを設け、種結晶配置部3aの周囲にガスを流すことで、種結晶9を冷却できるようにしたことである。種結晶9の冷却効率を高めるために、冷媒通路12内部の種結晶配置部3aの周囲に放熱用フィン13を設けた。冷却用ガスには乾燥空気をを用い、成長中に18℃のガスを20l/min流した。その他の成長条件は実施例1と同一である。これにより得られた結晶も、実施例1と同じく完全な単結晶であった。固液界面形状を観察した結果も、結晶全域に亘って凸型であることが確認できた。

【0019】比較例1

図3に示す従来のVGF法による装置を使い、実施例1と同一条件でGaAsの結晶成長を行った。成長した結晶は成長途中で多結晶化してしまった。結晶を縦に切断し、多結晶化の起点を調べたところ、種結晶から40mmの場所で、結晶の中央部から多結晶化が始っていた。エッチング観察の結果、固液界面形状は凹型になっており多結晶化の起点には転位が高密度に集積していることが確認された。

【0020】実施例の効果

本実施例によれば、固液界面形状を凸化させることで、成長に伴い界面に垂直に伝播する転位が局所的に集積するのを防止できる。このため、成長した結晶から切り出したウェハ面内の均一性が向上する。これは欠陥(転位)分布の均一性のみならず、転位上に析出する不純物の分布も均一になることから、電気特性のウェハ面内分布の均一性向上にも効果がある。

【0021】また、転位が局所的に集積するのを防止できるため、転位が線状に連なって形成される欠陥(リネージ)の低減ができ、また転位が高密度に集積することによって発生する多結晶化を有効に防止できる。

【0022】そして、結晶の多結晶化を防止できるため、生産性が大幅に向上し、特性不良や多結晶化による不良結晶が減るため、経済性が向上するばかりでなく、結晶成長途中での多結晶化が防止できるため、より長尺な結晶を製造することも可能である。さらに、原料多結晶を融解する際に加熱により種結晶が融解してしまて成長が不能になることがあるが、種結晶を冷却すること

により、このような事故を防止することができる。

【0023】このように本発明によれば、種々の効果があるが、特に廉価で大型GaAs結晶の製造方法として知られるVGFを採用すればその効果は大である。なお、本発明は多結晶合成装置にも適用できる。

【0024】

【発明の効果】本発明によれば次の効果を発揮する。

【0025】(1) 本発明方法によれば、固液界面形状の凹面化を防止できるので、結晶の多結晶化を防止して高品質の単結晶を再現性よく製造することができる。

【0026】(2) 本装置によれば、従来装置に冷却手段を付加するという僅かな変更を加えるだけで、高品質の結晶を製造することができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の半導体結晶の製造装置による一実施例を示す水冷機構を備えたVGF炉の横断面図。

【図2】本発明の半導体結晶の製造装置による一実施例を示すガス冷却機構を備えたVGF炉の横断面図。

【図3】従来のIII-V族化合物結晶に用いるVGF炉の横断面図。

【図4】VGF法で結晶成長を行った場合の固液界面近傍における融液内径方向の温度分布を表わした特性図。\*

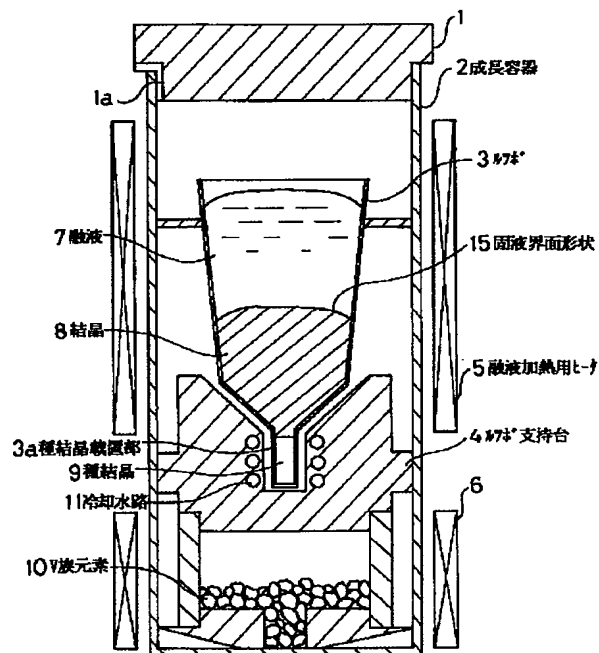
\*【図5】従来例を実施した場合の固液界面における熱の流れを模式的に示した説明図。

【図6】本発明を実施した場合の固液界面における熱の流れを模式的に示した説明図。

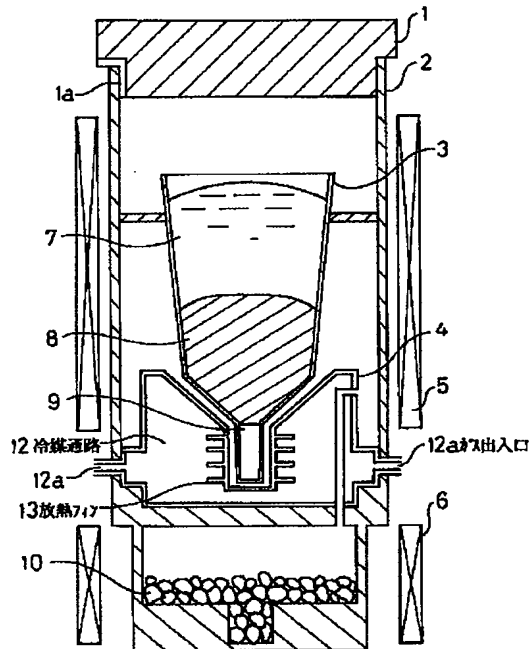
【符号の説明】

- 1 蓋
- 2 成長容器
- 3 ルツボ
- 3a 種結晶配置部
- 4 ルツボ支持台
- 5 融液加熱用ヒータ
- 6 V族元素加熱用ヒータ
- 7 融液
- 8 結晶
- 9 種結晶
- 10 V族元素
- 11 冷却水路
- 12 冷媒通路
- 12a ガス出入口
- 13 放熱フィン
- 15 固液界面形状

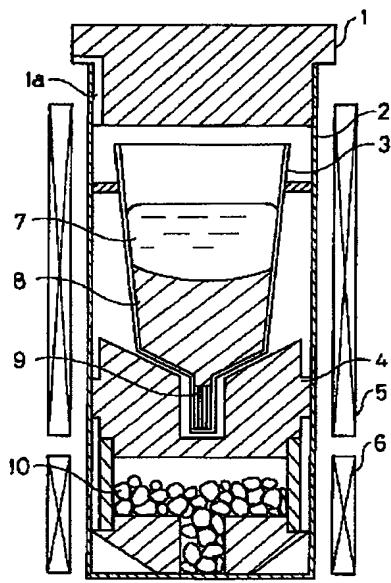
【図1】



【図2】

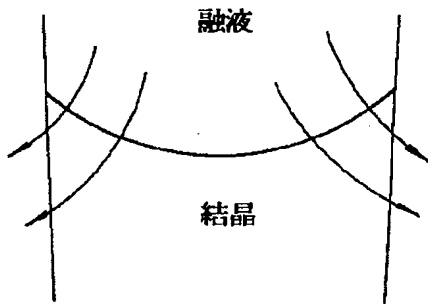


【図3】

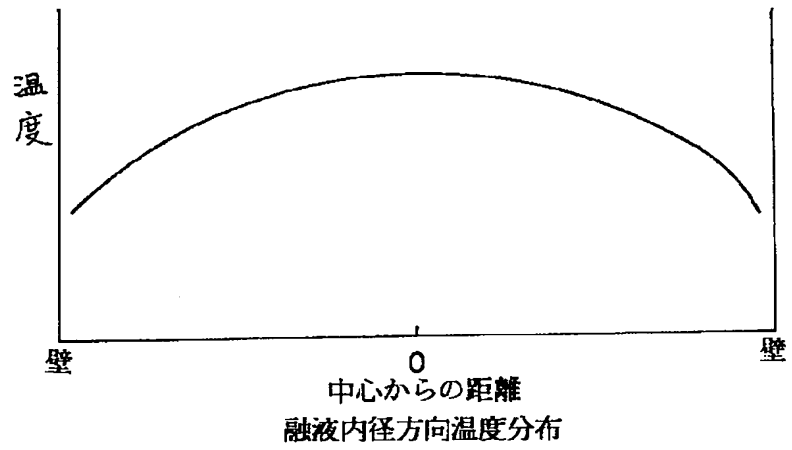


従来のVGF法

【図5】



【図4】



【図6】

